

1/4/1 (Item 1 from file: 351) [Links](#)

Derwent WPI

(c) 2006 The Thomson Corp. All rights reserved.

FN- DIALOG(R) File 351:Derwent WPI|

CZ- (c) 2006 The Thomson Corp. All rights reserved.|

IM- \*Image available\*|

AA- 1992-211978/199226|

XR- <XRAM> C92-095712|

TI- Hair cosmetic material imparting good glossiness - contg.  
poly-polydiorganosiloxane prepd. by condensing organo-polysiloxane  
having hydroxy gp. bonded to silicon atom|

PA- TOSHIBA SILICONE KK (TSIL )|

NC- 001|

NP- 002|

PN- JP 4139114 A 19920513 JP 90259704 A 19900928 199226 B|

PN- JP 2992564 B2 19991220 JP 90259704 A 19900928 200005|

AN- <LOCAL> JP 90259704 A 19900928; JP 90259704 A 19900928|

AN- <PR> JP 90259704 A 19900928|

FD- JP 4139114 A A61K-007/06|

FD- JP 2992564 B2 A61K-007/06 Previous Publ. patent JP 4139114|

LA- JP 4139114(7); JP 2992564(6)|

AB- <BASIC> JP 4139114 A

Material contains at least one of polydiorganosiloxane of formula  
(I) and at least one organo silicone resin consisting of copolymer  
comprising siloxane units of formula  $R_3SiO_{0.5}$  and of formula  $SiO_2$ ,  
prepd. by condensing organo-polysiloxanes having at least one OH gp.  
bonded to a Si atom or one hydrolysing gp. In the formulae (R=opt.  
substd. monovalent hydrocarbon; X = OH or hydrolysable gp, and n =  
10-20,000.

USE - The material imparts good glossiness and smooth touch to  
hair and has good set-retaining performance.

Dwg. 0/0|

DE- <TITLE TERMS> HAIR; COSMETIC; MATERIAL; IMPART; GLOSS; CONTAIN; POLY;  
DI; ORGANO; POLYSILOXANE; PREPARATION; CONDENSATION; ORGANO;  
POLYSILOXANE; HYDROXY; GROUP; BOND; SILICON; ATOM|

DC- A26; A96; D21|

IC- <MAIN> A61K-007/06|

IC- <ADDITIONAL> A61K-007/075; A61K-007/08; A61K-007/11|

MC- <CPI> A06-A00E3; A12-V04A; D08-B04|

FS- CPI||

## ⑫ 公開特許公報(A) 平4-139114

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>A 61 K 7/06  
7/075  
7/08  
7/11

識別記号

庁内整理番号

7038-4C  
7038-4C  
7038-4C  
7038-4C

④ 公開 平成4年(1992)5月13日

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全7頁)

⑤ 発明の名称 毛髪化粧料

② 特 願 平2-259704

② 出 願 平2(1990)9月28日

⑦ 発 明 者 佐 藤 吉 幸 東京都港区六本木6丁目2番31号 東芝シリコン株式会社内

⑦ 発 明 者 星 野 知 子 東京都港区六本木6丁目2番31号 東芝シリコン株式会社内

⑦ 発 明 者 松 本 允 東京都港区六本木6丁目2番31号 東芝シリコン株式会社内

⑦ 出 願 人 東芝シリコン株式会社 東京都港区六本木6丁目2番31号

⑦ 代 理 人 弁理士 古 谷 馨 外3名

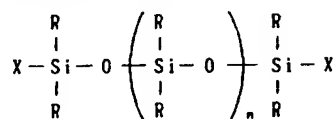
## 明 細 書

## 1. 発明の名称

毛髪化粧料

## 2. 特許請求の範囲

## 1 (a) 実質的に一般式



(ここで、R は置換もしくは非置換の同一又は異種の一価炭化水素基、X は水酸基又は加水分解性基、n は10~20,000の整数)で示されるポリオルガノシロキサンの一種又は二種以上と

(b) 式  $\text{R}_3\text{SiO}_{0.5}$  で示されるシロキサン単位及び式  $\text{SiO}_2$  で示されるシロキサン単位からなる共重合体(ここで、R は置換もしくは非置換の同一又は異種の一価炭化水素基)で、1分子中にケイ素原子に結合した水酸基もしくは加水分解性基を少なくとも1個有するポリオルガノシロキサンの一種又は二種以上

とを縮合させることにより得られる有機シリコン樹脂を含有することを特徴とする毛髪化粧料。

2 化粧料が低沸点溶媒を含有するものである請求項1記載の毛髪化粧料。

3 低沸点溶媒が低沸点シリコン、炭素数1~30の低沸点イソパラフィン系炭化水素、炭化水素のフルオロクロル置換体から選ばれた1種以上の溶剤である請求項2記載の毛髪化粧料。

## 3. 発明の詳細な説明

〔発明の技術分野〕

本発明は、毛髪に対し優れた光沢を与え、なめらかな感触を付与しながら、かつ優れたセット保持力を有する毛髪化粧料に関するものである。

〔発明の技術的背景とその問題点〕

従来、毛髪化粧料には毛髪に光沢やなめらかさを与えるために、シリコンオイル、エステルオイル、流動パラフィン等を乳化、可溶化、

又はアルコール等の有機溶媒に溶解して使用している。特に、シリコンオイルは毛髪に対する潤滑性がよく、優れた光沢を与えるので、現在広く普及している。しかしながら、多量に使用したり、長時間使用したりすると頭髪が脂ざるといふ欠点があった。また、高重合シリコンを低沸点溶媒に溶解させたものは、毛髪に薄く柔らかいシリコン皮膜を形成し、光沢となめらかな感触を与えるが、水や汗に弱く、流れおちてしまうという欠点がある。

このような問題を解決するために、ポリオルガノシロキサンを配合する試みが色々行われている。しかしながら、これらの従来の毛髪化粧品に用いられているものは、鎖状のポリジオルガノシロキサンや $R_3SiO_{1/2}$ 単位と $SiO_2$ 単位からなるシロキサン(Rは1価の有機基)等を配合したものであり、これではまだ撥水性付与は十分でなかった。

#### (発明の目的)

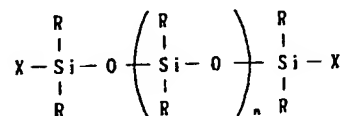
本発明の目的は、優れた光沢となめらかな感

触を与えながら、かつ耐水性を向上させ優れたセツト保持力を有する毛髪化粧料を提供することである。

#### (発明の構成)

本発明者らは、前記問題点を克服するため鋭意研究の結果、特殊なシリコン樹脂を配合することにより上記目的が達成されることを見出し、ここに本発明をなすに至った。

即ち本発明は、(a)一般式



(ここで、Rは置換もしくは非置換の同一又は異種の一価炭化水素基、Xは水酸基又は加水分解性基、nは10~20,000の整数)で示されるポリジオルガノシロキサン(以下、成分(a)とする)の一種又は二種以上と

(b)式 $R_3SiO_{0.5}$ で示されるシロキサン単位及び式 $SiO_2$ で示されるシロキサン単位からなる共重合体(ここで、Rは置換もしくは非置換の

同一又は異種の一価炭化水素基)で、1分子中にケイ素原子に結合した水酸基もしくは加水分解性基を少なくとも1個有するポリオルガノシロキサン(以下、成分(b)とする)の一種又は二種以上

とを縮合させることにより得られる有機シリコン樹脂を含有することを特徴とする毛髪化粧料である。

本発明に用いられる(a)のポリジオルガノシロキサンは、実質的に両末端に水酸基又は加水分解性基を有するものである。加水分解性基としては、アルコキシ基、ケトオキシム基、アミノキシ基などの縮合反応性基が例示されるが、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ブトキシ基などのアルコキシ基が一般的である。これは実質的に直鎖状のものであるが、分岐状が10%以内含まれてもよい。又、平均重合度nは10~20,000のもので、分子量でいうと約700~1,500,000に相当するものである。

本発明に用いられる有機シリコン樹脂の原

料となる成分(b)は、当業者によく知られているものであって、これは例えば $SiO_2$ 単位を構成する水ガラス、オルソエチルシリケート、エチルポリシリケートの少なくとも一種と、 $R_3SiO_{0.5}$ 単位を構成するトリメチルクロロシラン、トリメチルメトキシシラン、トリフェニルクロロシラン、フェニルジメチルメトキシシラン、ジメチルビニルクロロシラン、ジメチルビニルメトキシシランなどのシランの少なくとも一種とを共加水分解縮合させることにより得られる。式 $R_3SiO_{0.5}$ で示されるシロキサン単位と式 $SiO_2$ で示されるシロキサン単位のモル比が0.5~1.0であり、1分子中にケイ素原子に結合した水酸基又は加水分解性基を少なくとも1個有する共重合体で、平均分子量は約2000~3000を有することが望ましい。

本発明の有機シリコン樹脂は、(a)成分と(b)成分とを部分縮合させたものである。この有機シリコン樹脂を構成する成分(a)と成分(b)との比率は、80:20乃至20:80が好ましい。この部

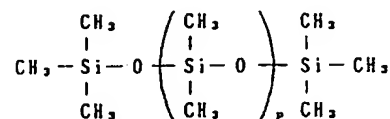
分縮合反応は、無触媒下あるいは塩基性触媒下で行われるが、塩基性触媒の例としては、水酸化ナトリウム、水酸化リチウム等の金属水酸化物、トリメチルアミン、ジエチルアミン等の脂肪族アミン、アニリン、メチルアニリン等の芳香族アミン及びオルガノアンモニウムハイドロオキサイド等の第4級アンモニウム化合物等が挙げられる。

本発明の有機シリコン樹脂の配合量は毛髪化粧料全量中の0.1～50重量%である。0.1重量%未満では十分な効果が得られず、50重量%を超えると低沸点溶媒に溶解しにくくなる。

本発明の毛髪化粧料は、通常以下の溶媒を含むものであり、室温で揮発する低沸点溶媒が用いられる。低沸点溶媒としては低沸点鎖状シリコン、環状シリコン、低沸点イソパラフィン系炭化水素、炭化水素のフルオロクロル置換体などが好ましい。

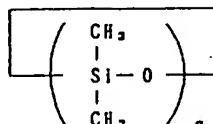
低沸点鎖状シリコンは次の一般式で表され、具体的にはヘキサメチルジシロキサン、オクタ

メチルトリシロキサン、デカメチルトetraシロキサン、ドデカメチルペンタシロキサンなどである。



(式中、p は0～5の整数を表す。)

環状シリコンは次の一般式で表され、具体的にはオクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサンなどである。



(式中、q は3～7の整数を表す。)

低沸点イソパラフィン系炭化水素としては、常温における沸点が50～300℃の範囲にある炭素数1～30のイソパラフィン系炭化水素を挙げることができる。

また、炭化水素のフルオロクロル置換体とし

ては、トリクロロトリフロロエタンやテトラクロロジフロロエタンなどを挙げることができる。上記低沸点溶媒は任意の一種又は二種以上を用いることができ、合計の配合量は毛髪化粧料全量中の99重量%以下であり、好ましくは10～90重量%である。

上記成分に加えてエタノール、IPA等の低級アルコールを添加してもよい。更に、本発明に添加できる成分としてシリコン誘導体があり、例えば鎖状ジメチルシリコンオイル、メチルフェニルシリコンオイル、ポリエーテル変性シリコンオイル、アミノ変性シリコンオイル、エポキシ変性シリコンオイル、フッ素変性シリコンオイルなどの任意の成分を一種又は二種以上が添加できる。

このシリコン誘導体は、有機シリコン樹脂皮膜の改質のために有効である。樹脂皮膜の改質に低分子量の可塑剤を添加することはよく知られているが、従来の可塑剤であるフタル酸誘導体、高級アルコールポリオキシエチレン

エーテルは相溶性の点から不適当である。その点、シリコン誘導体は有機シリコン樹脂系との相溶性がよく、樹脂皮膜を効果的に可塑性し、毛髪への接着性を強め、平滑性を失わず、べたつかない理想的な皮膜を得ることができる。

これらシリコン誘導体の配合量は、毛髪化粧料全量中99重量%以下である。99重量%を超えると有機シリコン樹脂が皮膜を形成しなくなるので、好ましくない。本発明の毛髪化粧料の剤型は任意であり、可溶化系、乳化系、粉末分散系、油-水の2層系、油-水-粉末の3層系など、いずれでも構わない。

乳化系の場合は、有機シリコン樹脂を含む油相をノニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤、アニオン界面活性剤あるいはそれらの混合物で乳化しているのが一般的であるが、その際に、予め界面活性剤と水溶性多価アルコールとの混合物を調製し、次いで油相と混合して乳化組成物を得る方法が好ましい。

水溶性多価アルコールは、分子内に2個以上

の水酸基を有する多価アルコールであり、具体的にはエチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、1,4-ブチレングリコール、ジプロピレングリコール、グリセリン、ポリグリセリン（ジグリセリン、トリグリセリン、テトラグリセリン、デカグリセリンなど）、グルコース、マルチトール、ショ糖、フラクトースキシリトール、エリスリトール、デンプン分解糖還元アルコールなどであり、これらのうちから一種又は二種以上が任意に選択されて用いられる。

乳化化粧料の油相を構成する油としては、本発明にかかる有機シリコン樹脂の他に次のような油を挙げることができる。

即ち、オリーブ油、ヤシ油、サフラワー油、ヒマシ油、綿実油などの油脂類、ラノリン、ホホバ油、カルナバロウなどのロウ油、流動パラフィン、スクワラン、ワセリン、揮発性イソパラフィンなどの炭化水素油、脂肪酸類、アルコール類、オクタン酸セチル、ミリスチン酸イソ

プロピルなどのエステル油、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサンなどのシリコン油、シリコン樹脂など、化粧料で一般的に用いられる油である。

上記成分の一般的な配合量は、界面活性剤が毛髪化粧料全量中の0.5～10重量%、有機シリコン樹脂を含む油相が20～80重量%であり、予め界面活性剤と水溶性多価アルコールとの混合物を調製して油相と混合して乳化組成物を得る方法の場合は、界面活性剤が1～20重量%、有機シリコン樹脂を含む油相が10～70重量%、水溶性多価アルコールが化粧料全量中の5～30重量%で界面活性剤に対して50～90重量%程度にするのが好ましい。

なお、乳化化粧料の乳化形式としては、油中水型又は水中油型のいずれでもありえるが、本発明の効果である揮発性を失わないように調製することが望ましい。

本発明の毛髪化粧料には上記の構成成分に加えて、目的に応じて本発明の効果を損なわない

量的質的範囲で、紫外線吸収剤、酸化防止剤、防腐剤、ビタミン、ホルモンなどの薬剤、香料を配合してもよい。

#### 〔実施例〕

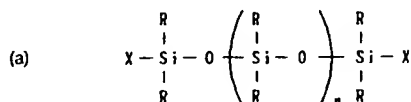
以下、実施例により本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれによって限定されるものではない。尚、例中の配合量はすべて重量%である。

#### 参考例

表1に示す(a)成分と(b)成分の50%トルエン溶液を、(a)成分と(b)成分の重量比(a)/(b)で配合した後、(a)成分100部に対し水酸化ナトリウム0.002部を縮合触媒として加え、トルエン還流下に加熱攪拌しながら縮合反応を行い、有機シリコン樹脂I～VIを得た。

表 1

有機シリコン樹脂	(a)	(b)	(a)/(b)
I	R:メチル基 X:水酸基 n:7000	$(CH_3)_2SiO_{0.8}/SiO_2$ =0.8 重合度2500	30/70
II	R:メチル基 X:水酸基 n:4000	$(CH_3)_2SiO_{0.6}/SiO_2$ =0.6 重合度2000	45/55
III	R:フェニル基 10mol% 残りメチル基 X:水酸基 n:5000	$(CH_3)_2SiO_{0.7}/SiO_2$ =0.7 重合度3000	20/80
IV	R:メチル基 X:水酸基 n:50	$(CH_3)_2SiO_{0.8}/SiO_2$ =0.8 重合度2500	70/30
V	R:メチル基 X:水酸基 n:800	$(CH_3)_2SiO_{0.7}/SiO_2$ =0.7 重合度2200	50/50
VI	R:メチル基 X:水酸基 n:6000	$(CH_3)_2SiO_{0.8}/SiO_2$ =0.8 重合度2500	25/75



一方、比較用ポリシロキサンとして以下のもの

のを用意した。

P 1 = 式(a)においてR 及びX;メチル基、n=7000

P 2 = 式(a)においてR;メチル基、X;水酸基、n=5000

P 3 = P 2 と  $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}_{0.5}/\text{SiO}_2=0.7$ 、重合

度2500との30/70 混合体

P 4 = 式(a)においてR;メチル基、X;水酸基、n=800

#### 実施例 1 ヘアオイル

- |                     |       |
|---------------------|-------|
| (1)デカメチルシクロペンタシロキサン | 81.0% |
| (2)エタノール            | 10.0% |
| (3)有機シリコーン樹脂 (I)    | 9.0%  |
| (4)香料               | 適 量   |

(1)~(4)を攪拌・溶解・混合し、粘度500cP の透明な液状ヘアオイルを得た。

#### 実施例 2 ヘアオイル

- |                     |       |
|---------------------|-------|
| (1)デカメチルシクロペンタシロキサン | 81.0% |
| (2)エタノール            | 10.0% |
| (3)有機シリコーン樹脂 (II)   | 9.0%  |
| (4)香料               | 適 量   |

(1)~(4)を攪拌・溶解・混合し、粘度800cP の透明な液状ヘアオイルを得た。

- |                                    |      |
|------------------------------------|------|
| (3)有機シリコーン樹脂 (IV)                  | 5.0% |
| (4)グリセリン                           | 3.0% |
| (5)ポリエチレングリコール (120)硬化ヒマシ油<br>エステル | 3.0% |
| (6)ベヘニルトリメチルアンモニウムクロライド            | 0.7% |
| (7)香料                              | 適 量  |
| (8)精製水                             | 残 余  |

(4)、(5)を溶解し、(1)、(2)、(3)の混合液を添加し乳化した。次いで、(6)、(7)、(8)の混合液に上記乳化物を添加混合し泡状毛髪セット剤を得た。

#### 実施例 5 シャンプー

- |                     |       |
|---------------------|-------|
| (1)ラウリルエーテル硫酸ナトリウム  | 18.0% |
| (2)ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド  | 2 %   |
| (3)カチオン化セルロース       | 1.5%  |
| (4)有機シリコーン樹脂 (V)    | 0.5%  |
| (5)ジステアリン酸エチレングリコール | 2 %   |
| (6)防腐剤              | 適 量   |
| (7)香料               | 適 量   |
| (8)精製水              | 残 余   |

#### 実施例 3 ヘアクリーム

- |                                    |       |
|------------------------------------|-------|
| (1)デカメチルシクロペンタシロキサン                | 10.0% |
| (2)有機シリコーン樹脂 (III)                 | 3.0%  |
| (3)ジメチルポリシロキサン (20cSt)             | 5.0%  |
| (4)トリ-2-エチルヘキサン酸グリセリル              | 8.0%  |
| (5)ワセリン                            | 5.0%  |
| (6)ステアリルアルコール                      | 2.0%  |
| (7)ソルビタンモノオレエート                    | 2.0%  |
| (8)ポリオキシエチレン (40モル) 硬化ヒマシ油<br>エステル | 2.0%  |
| (9)グリセリン                           | 5.0%  |
| (10)防腐剤                            | 適 量   |
| (11)精製水                            | 残 余   |

(1)~(8)を70℃で攪拌溶解し、(9)~(11)を溶解したもののなかに加えて乳化し、ヘアクリームを得た。

#### 実施例 4 泡状毛髪セット剤

- |                        |      |
|------------------------|------|
| (1)ジメチルポリシロキサン (20cSt) | 2.0% |
| (2)軽質流動イソパラフィン         | 3.0% |

(1)、(2)、(3)、(4)、(5)、(6)を70℃で攪拌混合し、これに(8)を加え、乳化し、冷却しながら(7)を加え、シャンプーを得た。

#### 実施例 6 リンス

- |                       |      |
|-----------------------|------|
| (1)塩化ステアリルトリメチルアンモニウム | 2.0% |
| (2)有機シリコーン樹脂 (VI)     | 2.0% |
| (3)オクタメチルシクロテトラシロキサン  | 8.0% |
| (4)自己乳化型モノステアリン酸グリセリド | 1.0% |
| (5)エチレングリコールモノステアレート  | 1.0% |
| (6)グリセリン              | 2.0% |
| (7)防腐剤                | 適 量  |
| (8)香料                 | 適 量  |
| (9)精製水                | 残 余  |

(6)、(7)、(9)を75℃で攪拌混合し、これに(1)、(2)、(3)、(4)、(5)を加え、乳化し、冷却しながら(8)を加え、リンスを得た。

#### 比較例 1 ヘアオイル

- |                     |       |
|---------------------|-------|
| (1)デカメチルシクロペンタシロキサン | 81.0% |
|---------------------|-------|

- (2) エタノール 10.0%  
 (3) ポリシロキサン; P 1 9.0%  
 (4) 香料 適量

(1)~(4)を攪拌・溶解・混合し、粘度500cPの透明な液状ヘアオイルを得た。

比較例 2 泡状毛髪セット剤

- (1) ジメチルポリシロキサン (20cSt) 2.0%  
 (2) 軽質流動イソパラフィン 3.0%  
 (3) ポリシロキサン; P 2 5.0%  
 (4) グリセリン 3.0%  
 (5) ポリエチレングリコール (120) 硬化ヒマシ油 エステル 3.0%  
 (6) ベヘニルトリメチルアンモニウムクロライド 0.7%  
 (7) 香料 適量  
 (8) 精製水 残余

(4), (5)を溶解し、(1), (2), (3)の混合液を添加し乳化した。次いで、(6), (7), (8)の混合液に上記乳化物を添加混合し泡状毛髪セット剤を得た。

比較例 3 ヘアオイル

た。

市販毛髪 (重さ 2 g, 長さ 20cm) に実施例 1 ~ 4、比較例 1 ~ 3 の毛髪化粧料を各 2 g 取り、夫々塗布した。これらの試料をカールし、十分に乾燥させた後、実験に供した。

6 種のカールした毛髪を 40℃、90% の恒温恒湿下につるし、24 時間放置する。元の毛髪の長さ (L)、最初のカール径 (L<sub>0</sub>)、24 時間放置後のカール径 (L<sub>1</sub>) を測定し、次式に基づいてセット力を求めた。数値が大きいほどセット力が強いことを表す。

$$\text{セット力} = \frac{L - L_1}{L - L_0} \times 100 \quad (\%)$$

これらの試験で、恒温恒湿下に放置する前とその後で光沢・なめらかさについてそれぞれ官能評価を行った。

○…優れている。

△…普通。

×劣っている。

以上の結果を表 2 に示す。

実施例 1 における有機シリコン樹脂 (I) の代わりに P 3 を用いた以外は同様にして液状ヘアオイルを得た。

比較例 4 リンス

- (1) 塩化ステアリルトリメチルアンモニウム 2.0%  
 (2) ポリシロキサン; P 4 2.0%  
 (3) オクタメチルシクロテトラシロキサン 8.0%  
 (4) 自己乳化型モノステアリン酸グリセリド 1.0%  
 (5) エチレングリコールモノステアレート 1.0%  
 (6) グリセリン 2.0%  
 (7) 防腐剤 適量  
 (8) 香料 適量  
 (9) 精製水 残余

(6), (7), (9)を75℃で攪拌混合し、これに(1), (2), (3), (4), (5)を加え、乳化し、冷却しながら(8)を加え、リンスを得た。

実施例 1 ~ 4、比較例 1 ~ 3 で得た各毛髪化粧料について、以下の実験を行い性能を評価し

表 2

	光 沢		なめらかさ		セット力
	初期	24時間後	初期	24時間後	
実施例 1	○	○	○	○	85%
実施例 2	○	○	○	○	90%
実施例 3	○	△	○	△	80%
実施例 4	○	△	○	○	93%
比較例 1	○	×	○	×	50%
比較例 2	○	×	○	×	45%
比較例 3	○	△	○	△	60%

また実施例 5、6、比較例 4 の毛髪化粧料についても上記と同様に光沢・なめらかさについて評価した。

結果を表 3 に示す。

表 3

	光 沢		なめらかさ	
	初期	24時間後	初期	24時間後
実施例 5	○	△	○	○
実施例 6	○	○	○	○
比較例 4	○	×	○	×

〔発明の効果〕

本発明の毛髪化粧料は特定の有機シリコーン樹脂を含有することにより、優れた光沢となめらかな感触を与えながら、且つ耐水性を向上させ優れたセット保持力を有することを可能にしたものである。

出願人代理人 古 谷 馨  
(外 3 名)